

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 11-286551

(43)Date of publication of application : 19.10.1999

(51)Int.Cl.

C08G 77/06

(21)Application number : 11-021585

(71)Applicant : EASTMAN KODAK CO

(22)Date of filing : 29.01.1999

(72)Inventor : WOODGATE PAUL E
MAKAREWICZ PETER J
ZION TODD C

(30)Priority

Priority number : 98 16072 Priority date : 30.01.1998 Priority country : US

(54) PRODUCTION OF POLYALKYLSILSESQUOXANE PARTICLE

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain the subject particle having a narrow particle diameter distribution, by dissolving a surfactant in an alkyltrialkoxysilane or the like, mixing the mixture with water and then adding a basic substance to the mixture.

SOLUTION: (B) A surfactant (e.g. sodium sulfosuccinate dioctyl ester) in an amount of preferably 0.1-50 wt.%, more preferably 1-30 wt.%, based on the component A, is dissolved in (A) an alkyltrialkoxysilane (a particle hydrolyzate condensate) (e.g. methyltrimethoxysilane) to give a mixture, which is mixed with (C) water and further (D) a basic substance (e.g. ammonia) in an amount to make the concentration in the solution preferably ≥ 0.01 wt.%, more preferably 0.01-1 wt.% to give the objective particle having preferably $< 20 \mu\text{m}$, more preferably $< 5 \mu\text{m}$ median diameter (mean value in volume distribution of particles).

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C): 1998,2003 Japan Patent Office

* NOTICES *

JP0 and NCIP1 are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.*** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1] (a) Process which melts a surfactant to alkyltrialkoxysilane or its partial hydrolysis condensation product; (b) process; which mixes water into the mixture, and (c) — the manufacture approach of the polyalkylsilsesquioxane particle which grows into the mixture including the process which adds an alkali and obtains a polyalkylsilsesquioxane particle.

[Translation done.]

* NOTICES *

JPO and NCIP I are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.*** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to the approach for manufacturing the narrow polyalkylsilsesquioxane particle of particle size distribution. In the sensible-heat printing field, it is common knowledge that a particle can be used for a sensible-heat medium so that a thermal print head may be held in the condition that neither dust nor waste is attached. As for the particle concerned, it is desirable that he is the inorganic granule child used for the slip layer of a coloring matter donator element, and a thermal print head is cleaned by scouring of the particle concerned during presswork. A poly methyl silsesquioxane particle like Tospearl (trademark) (Toshiba Silicone) is proposed by use in a sensible-heat medium as indicated by the coincidence connection United States patent application 08th / No. 976,772 (Simpson et al., November 24, 1997 application). However, these particles have very broad particle size distribution.

[0002]

[Description of the Prior Art] The manufacture approach of the poly methyl silsesquioxane particle of hydrolyzing and carrying out condensation of methyl trialkoxysilane and/or its partial hydrolysate to JP,54-72300,A in the water solution of an alkaline-earth-metal hydroxide or an alkali-metal carbonate is indicated. The manufacture approach of the poly methyl silsesquioxane particle which adds methyl trimetoxysilane or its partial hydrolysis condensation product to U.S. Pat. No. 4,528,390 at this while stirring the water solution of a base like ammonium hydroxide is indicated.

[0003]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] However, there is a problem that the particle size distribution of the polyalkylsilsesquioxane particle obtained becomes very broad in such conventional techniques. When using it in a sensible-heat medium, an extra-large particle is too large for cleaning of a thermal print head. In order to enable it to use such a particle for a sensible-heat medium, it is necessary to make particle size small according to a grinding process. Such a grinding process makes a manufacturing cost increase. The purpose of this invention is to offer the approach for manufacturing the narrow polyalkylsilsesquioxane particle of particle size distribution.

* NOTICES *

JP0 and NCIP1 are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.*** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

TECHNICAL FIELD

[Field of the Invention] This invention relates to the approach for manufacturing the narrow polyalkylsilsesquioxane particle of particle size distribution. In the sensible-heat printing field, it is common knowledge that a particle can be used for a sensible-heat medium so that a thermal print head may be held in the condition that neither dust nor waste is attached. As for the particle concerned, it is desirable that he is the inorganic granule child used for the slip layer of a coloring matter donator element, and a thermal print head is cleaned by scouring of the particle concerned during presswork. A poly methyl silsesquioxane particle like Tospearl (trademark) (Toshiba Silicone) is proposed by use in a sensible-heat medium as indicated by the coincidence connection United States patent application 08th / No. 976,772 (Simpson et al., November 24, 1997 application). However, these particles have very broad particle size distribution.

[Translation done.]

* NOTICES *

JP0 and NCIP1 are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.*** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

PRIOR ART

[Description of the Prior Art] The manufacture approach of the poly methyl silsesquioxane particle of hydrolyzing and carrying out condensation of methyl trialkoxysilane and/or its partial hydrolysate to JP,54-72300,A in the water solution of an alkaline-earth-metal hydroxide or an alkali-metal carbonate is indicated. The manufacture approach of the poly methyl silsesquioxane particle which adds methyl trimetoxysilane or its partial hydrolysis condensation product to U.S. Pat. No. 4,528,390 at this while stirring the water solution of a base like ammonium hydroxide is indicated.

[Translation done.]

* NOTICES *

JPO and NCIP1 are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.*** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

EFFECT OF THE INVENTION

[Effect of the Invention] According to the approach of this invention, it was found out that the polyalkylsilsesquioxane particle which excelled the conventional technique in mono dispersion nature is obtained.

[Translation done.]

* NOTICES *

JPO and NCIP are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.*** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

TECHNICAL PROBLEM

[Problem(s) to be Solved by the Invention] However, there is a problem that the particle size distribution of the polyalkylsilsesquioxane particle obtained becomes very broad in such conventional techniques. When using it in a sensible-heat medium, an extra-large particle is too large for cleaning of a thermal print head. In order to enable it to use such a particle for a sensible-heat medium, it is necessary to make particle size small according to a grinding process. Such a grinding process makes a manufacturing cost increase. The purpose of this invention is to offer the approach for manufacturing the narrow polyalkylsilsesquioxane particle of particle size distribution. Another purpose of this invention is to offer the approach for manufacturing the polyalkylsilsesquioxane particle whose median diameter is less than 5 micrometers, without including a grinding process.

[Translation done.]

* NOTICES *

JPO and NCIP I are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.*** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

MEANS

[Means for Solving the Problem] The purpose of these and others is a process which melts a surfactant to (a) alkyltrialkoxysilane or its partial hydrolysis condensation product;

(b) process; which mixes water into the mixture, and (c) — it is attained by this invention about the manufacture approach of the polyalkylsilsesquioxane particle which grows into the mixture including the process which adds an alkali and obtains a polyalkylsilsesquioxane particle.

[0005] The alkyltrialkoxysilane used in this invention can be for example, methyl triethoxysilane, ethyltrimethoxysilane, ethyltriethoxysilane, propyltrimethoxysilane, propyl triethoxysilane, a methyl tripropoxy silane, MECHIRUTORI butoxysilane, etc. The alkyltrialkoxysilane in the desirable embodiment of this invention is methyl trialkoxysilane like methyl trimethoxysilane.

[0006] The methyl trialkoxysilane used as starting material in this invention or its partial hydrolysis condensation product can be obtained by alkoxyl-izing methyltrichlorosilane in suitable alcohol according to common technique. Various methyl trialkoxysilane is obtained with the individual concrete alcohol used in the alkoxyl-ized phase concerned. Furthermore, this can also be used for it although the partial hydrolysis condensation product of these methyl trialkoxysilane is obtained by hydrolyzing the silane concerned under existence of the water of an amount smaller than the amount of stoichiometries.

[0007] The surfactant used in this invention is a surfactant of arbitration meltable to alkyltrialkoxysilane. These may be used independently, or an anionic surface active agent, a cationic surface active agent, and a nonionic surfactant may be mentioned as an example of such a surface active agent, and they may be used mutually, combining. A suitable surfactant is an anionic surfactant like sulfo succinate or alkyl aryl polyether sulfonate.

* NOTICES *

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.*** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

EXAMPLE

[Example] Hereafter, the example for illustrating this invention is offered.

Example 1: When ammonium hydroxide was used, in the beaker which covered, 48g Aerosol OT (trademark) was melted to 600g methyl-trimethoxysilane (Aldrich shrine). It put into the flask of 12L which mixed the water (deionized water) of 6L in this solution, homogenized with the Gaulin homogenizer, and possesses a paddle form stirrer after that. Rapid stirring of the mixture during 10 minutes was carried out at 20 degrees C. When the ammonium hydroxide solution was all added at once 28 40g% during stirring of mixture and the obtained mixture was stirred overnight, the poly methyl silsesquioxane particle was obtained. The particle size distribution Microtrac(trademark) Ultrafine Particle Analyzer (part number 9230-0-00-1) analyzed. For less than 0.4 micrometers, less than 0.6 micrometers was [less than 0.8 micrometers of particle size distribution] 90% 50% 10%.

[0015] Example 2: The polyalkylsilsesquioxane particle was manufactured according to the approach indicated by example U.S. Pat. No. 4,528,390 of a comparison. 500g water and 50g 28% ammonium hydroxide solution were put into the flask of 1L possessing a paddle form stirrer. It applied for 50 minutes at 25 degrees C, and 200g methyl trimetoxysilane was added. After addition, the mixture was heated to 80 degrees C, and was stirred for 2 hours. What was obtained was the poly methyl silsesquioxane particle floc with wide distribution width of face.

[0016] Example 3: When a sodium carbonate was used, in the beaker which covered, 9g Aerosol OT (trademark) was melted to 100g methyl-trimethoxysilane (Aldrich shrine). The water (deionized water) of 1L was mixed in this solution, and it put into the flask of 3L possessing a paddle form stirrer. Rapid stirring of the mixture during 10 minutes was carried out at 50 degrees C. When 5% sodium-carbonate solution of 20mL was all added at once during stirring of mixture and the obtained mixture was stirred for 1 hour, the poly methyl silsesquioxane particle was obtained. The particle size distribution Microtrac(trademark) Ultrafine Particle Analyzer It analyzed. For less than 0.4 micrometers, less than 0.6 micrometers was [less than 0.8 micrometers of particle size distribution] 90% 50% 10%.

[0017] Example 4: When a sodium carbonate was used, in the beaker which covered, 9g Aerosol OT (trademark) was melted to 300g methyl-trimethoxysilane. It put into the flask of 3L which mixed the water (deionized water) of 1.5L in this solution, homogenized with the Gaulin homogenizer, and possesses a paddle form stirrer after that. Rapid stirring of the mixture during 10 minutes was carried out at 20 degrees C.

(A) - (8)

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平 1 1 - 2 8 6 5 5 1

(43) 公開日 平成 1 1 年 (1 9 9 9) 1 0 月 1 9 日

(51) Int. Cl. ⁶
C08G 77/06

識別記号

庁内整理番号

F I
C08G 77/06

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数 1 O L (全 4 頁)

(21) 出願番号	特願平 1 1 - 2 1 5 8 5	(71) 出願人	5 9 0 0 0 0 8 4 6 イーストマン コダック カンパニー アメリカ合衆国, ニューヨーク 1 4 6 5 0 、ロチェスター, ステイト ストリート 3 4 3
(22) 出願日	平成 1 1 年 (1 9 9 9) 1 月 2 9 日	(72) 発明者	ポール イー. ウッドゲート アメリカ合衆国, ニューヨーク 1 4 5 5 9, スペンサーボート, コルビー ストリ ート 6 6 5
(31) 優先権主張番号	0 9 / 0 1 6 0 7 2	(74) 代理人	弁理士 石田 敬 (外 4 名)
(32) 優先日	1 9 9 8 年 1 月 3 0 日		
(33) 優先権主張国	米国 (U S)		

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ポリアルキルシルセスキオキサン粒子の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 粒径分布の狭いポリアルキルシルセスキオキサン粒子を製造するための方法を提供すること。

【解決手段】 (a) アルキルトリアルコキシシラン又はその部分加水分解縮合体に界面活性剤を溶かす工程；

(b) その混合物に水を混合する工程；及び

(c) その混合物に塩基性物質を添加してポリアルキルシルセスキオキサン粒子を得る工程を含んで成るポリアルキルシルセスキオキサン粒子の製造方法。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 (a) アルキルトリアルコキシシラン又はその部分加水分解縮合体に界面活性剤を溶かす工程；
(b) その混合物に水を混合する工程；及び
(c) その混合物に塩基性物質を添加してポリアルキルシルセスキオキサン粒子を得る工程を含んで成るポリアルキルシルセスキオキサン粒子の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、粒径分布の狭いポリアルキルシルセスキオキサン粒子を製造するための方法に関する。感熱印刷分野では、サーマルプリントヘッドが埃や屑が付かない状態で保持されるように感熱媒体に粒子を使用できることが周知である。当該粒子は、色素供与体要素のスリップ層に用いられる無機小粒子であることが好ましく、そして当該粒子の研磨作用により印刷工程中にサーマルプリントヘッドがクリーニングされる。同時係属米国特許出願第 0 8 / 9 7 6 , 7 7 2 号 (Simpson ら、1997 年 11 月 24 日出願) に記載されているように、感熱媒体における使用には Tospearl (商標) (東芝シリコン社) のようなポリメチルシルセスキオキサン粒子が提案されている。しかしながら、これらの粒子は粒径分布が非常に幅広いものである。

【0002】

【従来の技術】 特開昭 5 4 - 7 2 3 0 0 号公報に、メチルトリアルコキシシラン及び／又はその部分加水分解物をアルカリ土類金属水酸化物又はアルカリ金属炭酸塩の水溶液中で加水分解して縮合させる、ポリメチルシルセスキオキサン粒子の製造方法が記載されている。米国特許第 4 , 5 2 8 , 3 9 0 号に、メチルトリメトキシシラン又はその部分加水分解縮合体を、水酸化アンモニウムのような塩基の水溶液を攪拌しながらこれに添加する、ポリメチルシルセスキオキサン粒子の製造方法が記載されている。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】 しかしながら、これらの従来の技法には、得られるポリアルキルシルセスキオキサン粒子の粒径分布が非常に幅広くなるという問題がある。感熱媒体において使用する場合、特大の粒子はサーマルプリントヘッドのクリーニングにとって大きすぎる。このような粒子を感熱媒体に使用できるようにするためには、粉碎工程により粒径を小さくする必要がある。このような粉碎工程は製造コストを増加させる。本発明の目的は、粒径分布の狭いポリアルキルシルセスキオキサン粒子を製造するための方法を提供することにある。本発明の別の目的は、メジアン直径が 5 μ m 未満であるポリアルキルシルセスキオキサン粒子を粉碎工程を含めずに製造するための方法を提供することにある。

【0004】

【課題を解決するための手段】 これら及びその他の目的

は、

(a) アルキルトリアルコキシシラン又はその部分加水分解縮合体に界面活性剤を溶かす工程；

(b) その混合物に水を混合する工程；及び

(c) その混合物に塩基性物質を添加してポリアルキルシルセスキオキサン粒子を得る工程を含んで成るポリアルキルシルセスキオキサン粒子の製造方法に関する本発明によって達成される。

【0005】 本発明において用いられるアルキルトリアルコキシシランは、例えば、メチルトリエトキシシラン、エチルトリメトキシシラン、エチルトリエトキシシラン、プロピルトリメトキシシラン、プロピルトリエトキシシラン、メチルトリプロポキシシラン、メチルトリブトキシシラン、等であることができる。本発明の好ましい実施態様におけるアルキルトリアルコキシシランは、メチルトリメトキシシランのようなメチルトリアルコキシシランである。

【0006】 本発明において出発物質として用いられるメチルトリアルコキシシラン又はその部分加水分解縮合体は、常用技法に従い、メチルトリクロロシランを適当なアルコールでアルコキシ化することによって得ることができる。当該アルコキシ化段階において用いられる個別具体的なアルコールによって、様々なメチルトリアルコキシシランが得られる。さらに、これらメチルトリアルコキシシランの部分加水分解縮合体は、当該シランを化学量論量よりも少ない量の水の存在下で加水分解することにより得られるが、これを使用することもできる。

【0007】 本発明において用いられる界面活性剤は、アルキルトリアルコキシシランに可溶である任意の界面活性剤である。このような界面活性剤の具体例としてアニオン性界面活性剤、カチオン性界面活性剤及び非イオン性界面活性剤が挙げられ、これらは単独で使用しても、また相互に組み合わせて使用してもよい。好適な界面活性剤は、スルホスクシネートやアルキルアリールポリエーテルスルホネートのようなアニオン性界面活性剤である。スルホスクシネートには、スルホコハク酸ナトリウムのジトリデシルエステル [Aerosol TR (商標)、Cylec Industries, Inc. 製]、スルホコハク酸ナトリウムのジオクチルエステル [Aerosol OT (商標)]、スルホコハク酸ナトリウムのジヘキシルエステル [Aerosol MA (商標)]、スルホコハク酸ナトリウムのジアミルエステル [Aerosol AY (商標)] 及びスルホコハク酸ナトリウムのジブチルエステル [Aerosol IB (商標)] が含まれる。好適な実施態様におけるスルホスクシネートはスルホコハク酸ナトリウムのジオクチルエステルである。当該界面活性剤により製造工程における望ましくない凝集が最小限に抑えられるため、粒子の分散性が改良される。本発明における界面活性剤の使用量は、用いられるアルキルトリアルコキシシラン又はその部分加水分解

解縮合体の、例えば 0. 1 ~ 5 0 重量%、好ましくは 1 ~ 3 0 重量%の範囲とすることができる。

【0008】本発明において用いられる塩基性物質は、アンモニア、アミン（例、モノメチルアミン、ジメチルアミン、モノエチルアミン、ジエチルアミン、エチレンジアミン、等）、金属水酸化物（例、水酸化カルシウム、水酸化マグネシウム、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、等）又は金属炭酸塩（例、炭酸ナトリウム、炭酸カルシウム、等）のような物質であることができる。好適な実施態様における塩基性物質はアンモニア又は水酸化ナトリウムもしくは炭酸ナトリウムのような金属水酸化物もしくは金属炭酸塩である。溶液中に用いられる塩基性物質の濃度は 0. 0 1 重量%以上、好ましくは 0. 0 1 ~ 1 重量%である。

【0009】本発明の方法において、当該塩基性物質は、アルキルトリアルコキシシランの加水分解及び縮合のための触媒として作用する。

【0010】本発明により得られる粒子は、従来技術により得られる粒子よりも狭い粒径分布を示す。本明細書中の用語「メジアン直径」は、粒子の体積分布の中央値として定義される。一般に、本発明の方法により得られる粒子は、2 0 μ m 未満、好ましくは 5 μ m 未満のメジアン直径を示す。本発明の別の好ましい実施態様では、粒子の 3 0 % 未満が当該メジアン直径の 1. 7 倍よりも大きな直径を示す。本発明のさらに別の好ましい実施態様では、粒子のメジアン直径が 0. 7 μ m 未満であり且つ当該粒子のうち直径が 1. 2 μ m よりも大きいものが 3 0 % 未満である。

【0011】本発明の加水分解／縮合反応は、反応時間が短縮されて所望の生成物を一層迅速に得ることができるため、加熱下で行うことが好ましい。加熱温度は、用いるアルキルトリアルコキシシラン又はその部分加水分解縮合体の量に依存して大幅に変動し得る。採用する加熱温度は、得られる粒径及び分布の狭さの双方に影響を与える。一般に、反応混合物の沸点を上限として加熱温度を上昇させることができる。

【0012】上記の条件下で反応を行った場合、反応が進行するにつれてポリアルキルシルセスキオキサンが分離析出してくる。この析出物を必要に応じて収集し、水洗し、そして乾燥するか、又は過剰の塩基及び界面活性剤を除去するために別の技法により精製もしくは単離して所望の生成物を得る。

【0013】本発明の方法により製造されたポリアルキルシルセスキオキサン粒子は、その形態が球状又はほぼ球状であることが好ましい。本発明の好ましい実施態様におけるポリアルキルシルセスキオキサン粒子はポリメチルシルセスキオキサン粒子である。

【0014】

【実施例】以下、本発明を例証するための実施例を提供する。

実施例 1：水酸化アンモニウムを使用した場合

蓋をしたビーカーの中で、4 8 g の Aerosol OT（商標）を 6 0 0 g のメチルトリメトキシシラン（Aldrich 社）に溶かした。この溶液に 6 L の水（脱イオン水）を混合し、Gaulin ホモジナイザーで均質化し、その後櫛形スターラーを具備した 1 2 L のフラスコに入れた。その混合物を 2 0 $^{\circ}$ C で 1 0 分間急速攪拌した。混合物の攪拌中に、4 0 g の 2 8 % 水酸化アンモニウム溶液を一度に全部添加し、得られた混合物を一晩攪拌したところ、ポリメチルシルセスキオキサン粒子が得られた。その粒径分布を Microtrac（商標）Ultrafine Particle Analyzer（型番 9230-0-00-1）により分析した。粒径分布は、0. 4 μ m 未満が 1 0 %、0. 6 μ m 未満が 5 0 %、0. 8 μ m 未満が 9 0 % であった。

【0015】実施例 2：比較例

米国特許第 4, 5 2 8, 3 9 0 号に記載されている方法に従いポリアルキルシルセスキオキサン粒子を製造した。櫛形スターラーを具備した 1 L のフラスコに、5 0 0 g の水と 5 0 g の 2 8 % 水酸化アンモニウム溶液とを入れた。2 5 $^{\circ}$ C で 5 0 分間かけて 2 0 0 g のメチルトリメトキシシランを添加した。添加後、その混合物を 8 0 $^{\circ}$ C まで加熱して 2 時間攪拌した。得られたものは、分布幅の広いポリメチルシルセスキオキサン粒子凝集体であった。

【0016】実施例 3：炭酸ナトリウムを使用した場合

蓋をしたビーカーの中で、9 g の Aerosol OT（商標）を 1 0 0 g のメチルトリメトキシシラン（Aldrich 社）に溶かした。この溶液に 1 L の水（脱イオン水）を混合して、櫛形スターラーを具備した 3 L のフラスコに入れた。その混合物を 5 0 $^{\circ}$ C で 1 0 分間急速攪拌した。混合物の攪拌中に、2 0 mL の 5 % 炭酸ナトリウム溶液を一度に全部添加し、得られた混合物を 1 時間攪拌したところ、ポリメチルシルセスキオキサン粒子が得られた。その粒径分布を Microtrac（商標）Ultrafine Particle Analyzer により分析した。粒径分布は、0. 4 μ m 未満が 1 0 %、0. 6 μ m 未満が 5 0 %、0. 8 μ m 未満が 9 0 % であった。

【0017】実施例 4：炭酸ナトリウムを使用した場合

蓋をしたビーカーの中で、9 g の Aerosol OT（商標）を 3 0 0 g のメチルトリメトキシシランに溶かした。この溶液に 1. 5 L の水（脱イオン水）を混合し、Gaulin ホモジナイザーで均質化し、その後櫛形スターラーを具備した 3 L のフラスコに入れた。その混合物を 2 0 $^{\circ}$ C で 1 0 分間急速攪拌した。混合物の攪拌中に、2 0 mL の 2. 5 % 炭酸ナトリウム溶液を一度に全部添加し、得られた混合物を一晩攪拌したところ、ポリメチルシルセスキオキサン粒子が得られた。その粒径分布を Microtrac（商標）Ultrafine Particle Analyzer により分析した。粒径分布は、2. 6 μ m 未満が 1 0 %、3. 6 μ m 未満が 5 0 %、5. 1 μ m 未満が 9 0 % であった。

【 0 0 1 8 】 実施例 5 : 水酸化ナトリウムを使用した場合

蓋をしたビーカーの中で、8 g の Aerosol OT (商標) を 1 0 0 g のメチルトリメトキシシランに溶かした。この溶液を、攪形スターラーを具備した 2 L のフラスコにおいて濾過、蒸留後の 1 0 0 0 g の水に添加した。その混合物を 5 0 °C に加熱した。急速に攪拌しながら、約 2 0 m L の水に溶かした 0 . 8 g の水酸化ナトリウムを添加した。この混合物を約 2 時間攪拌したところ、ポリメ

チルシルセスキオキサン粒子が得られた。その粒径分布を Microtrac (商標) Ultrafine Particle Analyzer により分析した。粒径分布は、0 . 6 μ m 未満が 1 0 %、0 . 7 μ m 未満が 5 0 %、0 . 8 μ m 未満が 9 0 %であった。

【 0 0 1 9 】

【発明の効果】本発明の方法によると、従来技法よりも単分散性に優れたポリアルキルシルセスキオキサン粒子が得られることが見い出された。

フロントページの続き

(72)発明者 ピーター ジェイムス マカレウィッツ
 アメリカ合衆国、ニューヨーク 1 4 6 2
 4, ロチェスター、ブルック バレー ド
 ライブ 2 4

(72)発明者 トッド シー、 ジオン
 アメリカ合衆国、ニューヨーク 1 4 6 1
 0, ロチェスター、イースト アベニュー
 1 5 0 1